Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 35, 4. 2024. (1- 18)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Effect of Cyclic Annealing Heat Treatment on Tungsten Particles and Matrix Interface in Heavy Tungsten alloy

Research Article

Ali Harimi,[1], Hasan Najafi [2], Abolfazl Rezaee-Bazzaz [3], kazem Zavichi Turk [4], Gholamreza Ebrahimi [5]

DOI: 10.22067/jmme.2024.88925.1151

1- Introduction

Heavy tungsten alloys are composed of strong tungsten particles and ductile matrix phases. Due to their high density and superior mechanical properties, these alloys are utilized in applications such as counterweights, radiation shielding, and kinetic energy penetrators. These alloys are typically produced via powder metallurgy, where tungsten powders are mixed with other powders such as Ni-Cu, Ni-Fe, Ni-Co, or Ni-Cr, followed by compaction and sintering. The mechanical properties of these composites are highly dependent on factors such as impurity levels, strength, and the morphology of phase boundaries, especially at the tungsten-tungsten and tungsten-matrix interfaces. Post-sintering, these alloys often exhibit suboptimal mechanical properties due to factors such as hydrogen embrittlement from sintering in a hydrogen atmosphere, excessive tungsten particle growth, weak bonding between tungsten particles and the matrix due to impurity segregation at the interfaces, and the formation of intermetallic phases caused by slow cooling rates. Heat treatment is proposed as an effective method to address these issues, including the removal of hydrogen embrittlement, enhancement of interface strength, and reduction of tungsten particle contiguity. This process aids in the elimination of hydrogen from the alloy's structure, thereby significantly improving its mechanical properties. Additionally, heat treatment facilitates the infiltration of the matrix phase into the tungsten particle interfaces, thereby reducing particle contiguity. This study examines the effect of multi-stage annealing heat treatment on the bonding strength between the matrix and tungsten particles and the contiguity of these particles.

2- Experimental

Heavy tungsten alloy samples with a chemical composition of W93.5-Ni4.5-Fe1.95 (wt%) were prepared using pure elemental powders with particle sizes ranging from 2 to 5 micrometers. The powders were mixed for 3 hours using a rotary ball mill. The mixed powders were then compacted under a pressure of 200 MPa using a cold isostatic press (EPSI-Q25). Subsequently, the samples were placed in a horizontal tube furnace (Carbolite STF 15/75/610D) under a hydrogen atmosphere and sintered at 1480°C for one hour until a density of 99.7±0.2% of the theoretical density was achieved. After the sintering process was completed, the samples were air-cooled (S1). Following the sintering stage, the samples were held at 1200°C for 2 hours under vacuum and then air-cooled (S2). A multi-stage heat treatment was also applied to the samples, as shown in Figure 1. Initially, the samples were held at 1200°C for 2 hours under a nitrogen atmosphere and then quenched in water Subsequently, in two consecutive stages, the samples were held at 1200°C under a nitrogen atmosphere for one hour and then quenched in water (S3). The microstructure of the polished samples was examined using optical microscopy (Olympus Cx23) and scanning electron microscopy (SEM) (LEO-VP 1450). The contiguity of tungsten particles in the microstructure was calculated from scanning electron microscopy images using the following equation:

*Manuscript received July 13, 2024, Revised August 13, 2024, Accepted, September 8, 2024.

[1] M.sc Student, Department of material science and engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran.

[2] M.sc Student, Department of material science and engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran.

[3] Corresponding Author: Associate Professor, Department of material science and engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran. **Email**: bazaz-r@um.ac.ir

[4] Metallic Materials Research Center (MMRC), Maleke Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

[5] Professor, Department of material science and engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran.

$$\mathrm{Css} = 2Nss/(2Nss + Nsl) \quad (1)$$

Where Nss is the number of intersections of the test line with tungsten-tungsten boundaries, Nsl is the number of intersections with tungsten-matrix interfaces, and Css represents the contiguity of tungsten particles. Tensile tests were conducted at room temperature. The samples were prepared according to ASTM-E8 standards and subjected to tensile testing using a Zwick-Roell Z250 testing machine equipped with an extensometer. The fracture surfaces obtained from the tensile tests were also analyzed using scanning electron microscopy (TESCAN BRNO-Mira3 LMU).

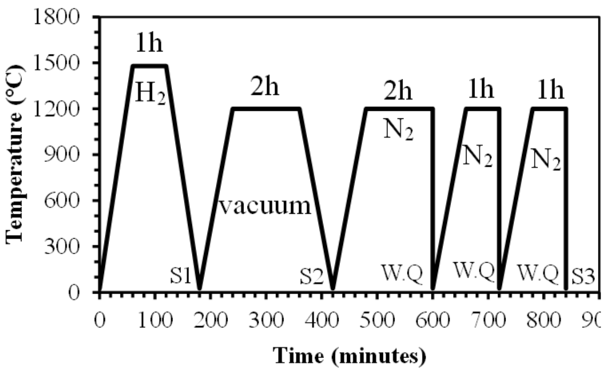


Figure 1: Schematic of the sintering process and cyclic heat treatment on tungsten heavy alloy samples.

3- Results and Discussion

This study investigates the effect of cyclic heat treatment on tungsten-heavy alloys by comparing heat-treated samples (S2 and S3) with sintered samples (S1). After undergoing liquid-phase sintering, the alloy consists of a matrix (iron and nickel) with dispersed tungsten particles. The density of the samples was measured to be 99.7% ± 0.2 of the theoretical density. One of the most critical factors influencing the mechanical properties of tungsten heavy alloys is the contiguity of tungsten particles. Figure 2 illustrates the tungsten particle contiguity in the samples, calculated using equation (1). The cyclic annealing heat treatment reduced particle contiguity from 0.44 to 0.31, demonstrating the significant influence of this process on the alloy's microstructure.

Figure 3 presents the tensile strength (MPa) and elongation (%) results from tensile tests conducted on the samples after sintering and cyclic heat treatment. The tensile strength of the samples increased from 842 MPa (S1) to 960 MPa (S3), while elongation improved from 3.5% in S1 to 9.9% in S3. This improvement is attributed to the strengthening of interfacial bonds between the tungsten particles and the matrix, a reduction in hydrogen embrittlement in the matrix, and a decrease in particle contiguity. Previous studies by German et al. confirmed that reducing particle contiguity in tungsten-heavy alloys leads to improved mechanical properties. Similarly, Ravi et al. showed that in a 90W-6Ni-2Fe-2Co alloy, heat treatment in a vacuum followed by quenching increased the tensile strength from 619 MPa to 934 MPa due to enhanced tungsten-matrix bonding and reduced hydrogen embrittlement.

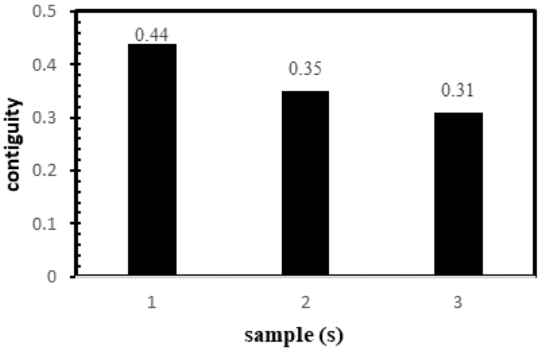


Figure 2: The tungsten particle contiguity in samples of tungsten heavy alloy (samples S1, S2, and S3).

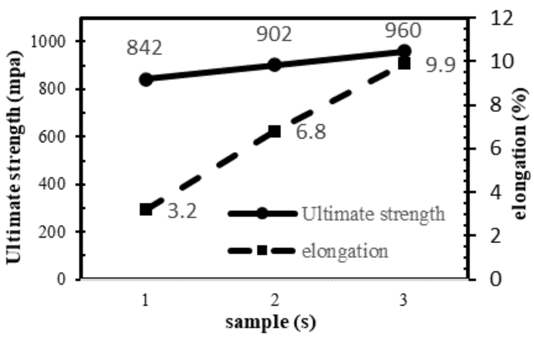


Figure 3: Ultimate tensile strength and elongation of tungsten heavy alloy samples S1, S2, and S3.

Fractography of the samples using scanning electron microscopy (SEM), shown in Figure 4, revealed four primary modes of fracture: 1) brittle fracture of tungsten particles, 2) brittle fracture of the matrix, 3) separation at the tungsten-matrix interface, and 4) tungsten particle-particle separation due to particle contiguity. In sample S3, matrix fracture and separation at the tungsten contiguity regions were the dominant modes of failure, indicating that the cyclic heat treatment improved the bonding strength between tungsten particles and the matrix.

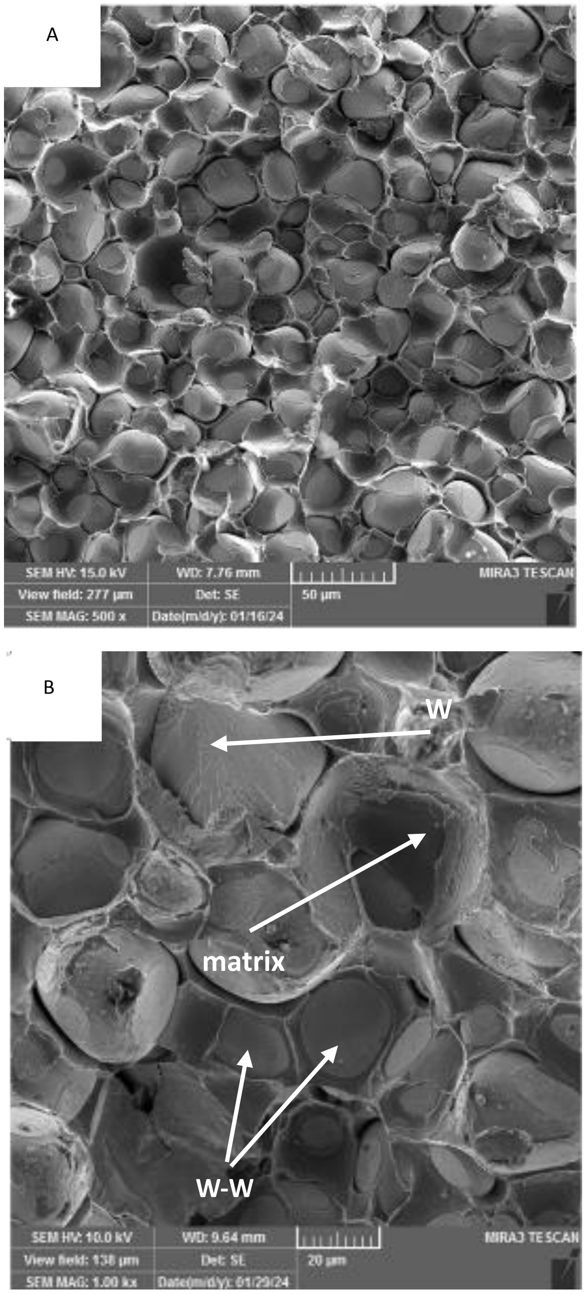


Figure 4: Scanning electron microscope images of the fracture surface from the tensile test of samples A: S1, B: S3

In addition, cyclic heat treatment at 1200°C followed by quenching addressed the issue of segregation of elements such as C, O, N, and S at the tungsten-matrix interface. This process homogenized the matrix composition and prevented re-segregation. Moreover, the mismatch in thermal expansion coefficients between tungsten and the matrix (4.6 x 10^-6/°C for tungsten vs. 2.0 x 10^-6/°C for the matrix) induced mechanical stresses at the interface, reducing tungsten particle contiguity. Although some hydrogen embrittlement persisted, cyclic heat treatment effectively improved the mechanical properties by enhancing interfacial bonding strength, reducing particle contiguity, and mitigating embrittlement.

4- Conclusion

This study investigated the effect of cyclic heat treatment after sintering on tungsten heavy alloy samples. The results showed that cyclic heat treatment reduced particle contiguity from 0.44 to 0.31, with only a slight increase in hardness from 28.5 to 31 Rockwell C. The treatment also enhanced tensile strength, increasing from 842 MPa to 960 MPa, and improved elongation from 3.2% to 9.9%. Additionally, the fracture mode changed from interfacial tungsten particle-matrix failure to matrix failure.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۵، ۴، ۱۴۰۳. (۱۸-۱)

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/

انجمن آهن و فولاد ایران

دانشگاه فردوسی مشهد

تأثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای بر فصل مشترک ذرات تنگستن با زمینه در آلیاژ سنگین تنگستن*

مقاله پژوهشی

علی حریمی(۱) حسن نجفی(۲) ابوالفضل رضایی بزاز(۳) کاظم زویچی ترک(۴) غلامرضا ابراهیمی(۵)

DOI: 10.22067/jmme.2024.88925.1151

چکیده *آلیاژهای سنگین تنگستن با استفاده از تف‌جوشی فاز مایع برای استفاده در وزنه‌های تعادل، محافظ‌های تشعشع و پرتابه‌های ضدزره ساخته می‌شوند. تغییر در هر کدام از متغیرهای ساخت این آلیاژها تأثیر قابل ملاحظه‌ای بر رفتار مکانیکی این آلیاژها دارد. هدف از پژوهش حاضر تأثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای بر استحکام فصل مشترک ذرات تنگستن با زمینه در آلیاژ فوق است. آلیاژ تنگستن با ترکیب شیمیایی ۹۳/۵W-۴/۵Ni-۱/۹۵ Fe (درصد وزنی) ابتدا در قالب پلاستیکی فشرده‌سازی (ایزواستاتیک سرد) شد و پس از فرایند تف‌جوشی فاز مایع در دمای ۱۴۸۰ °C، دو سیکل عملیات حرارتی آنیل بر روی نمونه‌ها انجام شد. به منظور بررسی ویژگی‌های مکانیکی از آزمون کشش و سختی استفاده شد. همچنین ریز ساختار و سطح شکست (حاصل از آزمون کشش) این نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج به دست آمده نشان می‌دهد به دلیل تنش‌های حرارتی در هنگام سرمایش و گرمایش در حین انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای فاز زمینه به فصل مشترک ذرات تنگستن نفوذ کرده و باعث کاهش میزان مجاورت (از ۰/۴۴ به ۰/۳۱) این ذرات شده است. همچنین انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای سبب کاهش ناخالصی‌ها در فصل مشترک ذرات تنگستن با زمینه شده و این امر سبب افزایش استحکام نهایی (از ۸۴۲ مگاپا سکال به ۹۶۰ مگاپا سکال) شده است. مقایسه تصاویر شکست‌نگاری نمونه اولیه با نمونه‌های آنیل چند مرحله‌ای بیانگر تغییر حالت شکست از گسیختگی در محل اتصال ذرات تنگستن و زمینه به شکست در فاز زمینه می‌باشد.*

واژه‌های کلیدی آلیاژ سنگین تنگستن، فصل مشترک تنگستن ـ زمینه، عملیات حرارتی چند مرحله‌ای، تف‌جوشی، مجاورت.

Effect of Cyclic Annealing Heat Treatment on Tungsten Particles and Matrix Interface in Heavy Tungsten Alloy

Ali Harimi Hasan Najafi Abolfazl Rezaee-Bazzaz kazem Zavichi Turk Gholamreza Ebrahimi

Abstract *Heavy tungsten alloys are made by liquid phase sintering for application in protective weights, radiation shields, and anti-missiles. The change in each of the production parameters of these alloys affects the mechanical behavior of these alloys. The aim of this research is to assess the effect of annealing heat treatment cyclic on the bonding strength of tungsten particles with the matrix. Tungsten alloy with a chemical composition of 93.5W-5.4Ni-1.95Fe (in wt.%) is first compressed in a plastic mold (cold isostatic) following by liquid phase sintering at 1480 °C and two cycles of annealing heat treatment. In order to study the mechanical properties, tensile and hardness tests are used. Also, the microstructures and fracture surfaces (after tensile test) of the samples are examined using optical and scanning electron microscopes. The obtained results show that due to the thermal stresses during cooling and heating through the cyclic annealing heat treatment, the matrix phase is penetrated into the interface of tungsten particles which causes a decrease in the contiguity (from 0.44 to 0.31). Also, the cyclic annealing heat treatment reduces the impurities in the interface between tungsten particles and the matrix, resulting in an increase in strength (from 842 MPa to 960 MPa). Comparison of fracture surfaces of samples with annealing cyclic shows the change of brittle fracture mechanism to soft fracture.*

Keywords Heavy tungsten alloys, Sintering, Heat treatment, Particles/matrix interface, Contiguity.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۴/۲۳ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۳/۶/۲۰ می‌باشد.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد.

(۲) کارشناسی ارشد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد.

(۳) نویسنده مسئول، دانشیار، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد.

Email: bazaz-r@um.ac.ir

(۴) کارشناسی ارشد، مرکز تحقیقات مواد فلزی، دانشگاه مالک اشتر، تهران.

(۵) استاد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد.

مقدمه

آلیاژهای سنگین تنگستن از ذرات تنگستن مستحکم و فازهای زمینه انعطاف‌پذیر تشکیل شده‌اند، به طوری که برای اجزایی که نیاز به چگالی بالا و خواص مکانیکی بالا دارند، مانند وزنه تعادل، سپر تابش و پرتابه انرژی جنبشی کاربرد دارند. به دلیل ساختار کامپوزیتی، خواص مکانیکی آلیاژهای سنگین تنگستن به شدت به عوامل مختلف، مانند میزان ناخالصی، استحکام و مورفولوژی مرز فازها به اصطلاح فصل مشترک تنگستن ـ تنگستن و زمینه ـ تنگستن وابسته است [4–1]. به دلیل دمای ذوب بالای تنگستن، تهیه آلیاژهای سنگین تنگستن معمولا به روش متالورژی پودر انجام می‌شود [5]. معمولا ترکیبی از پودرهای Ni - Cu ،Ni - Fe، Ni - Cr یا Ni - Co با پودر تنگستن مخلوط سپس فشرده‌سازی شده و نهایتا خشته‌های خام در حضور فاز مایع تف‌جوشی می‌شوند. این آلیاژها به واسطه وجود ذرات تنگستن با اندازه‌ای در حدود ۱۵۰۰–۵۰ میکرومتر دارای چگالی و استحکام بالا و به واسطه داشتن زمینه Ni-Fe انعطاف‌پذیری خوبی را دارند. خواص نهایی این آلیاژها عمیقا وابسته به متغیرهای فرایند تف‌جوشی و عملیات حرارتی ثانویه می‌باشد؛ که این متغیرها با تغییر ترکیب شیمیایی و ابعاد نمونه تغییر می‌کنند. نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن بعد از تف‌جوشی خواص مکانیکی مطلوبی ندارند، دلیل این امر عبارت است از: ۱) تردی هیدروژنی حاصل از تف‌جوشی در اتمسفر هیدروژن، ۲) میزان مجاورت بالای ذرات تنگستن به دلیل رشد این ذرات در هنگام فرایند تف‌جوشی، ۳) استحکام پیوند ضعیف، ذرات تنگستن با زمینه به دلیل جدایش ناخالصی‌ها در فصل مشترک تنگستن ـ زمینه و ۴) تشکیل فازهای بین فلزی به دلیل کند بودن سرعت سرمایش در مرحله تف‌جوشی این آلیاژها می‌باشد. عملیات حرارتی یکی از مؤثرترین راه‌ها برای اصلاح جدایش در فصل مشترک، حذف تردی هیدروژنی و فازهای بین فلزی ایجاد شده در حین تف‌جوشی و کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد [6,7]. پس از تف‌جوشی فاز زمینه این آلیاژها به دلیل حضور عناصر آهن و نیکل حساسیت شدیدی به تردی هیدروژنی دارد؛ که این تردی هیدروژنی تأثیر شدیدی بر کاهش ازدیاد طول و استحکام نهایی این آلیاژها دارد [8]. با انجام عملیات حرارتی پس از فرایند تف‌جوشی می‌توان هیدروژن را از ساختار خارج کرده و خواص مکانیکی را به شکل چشم‌گیری افزایش داد [11–9]. علاوه بر این خروج هیدروژن از داخل آلیاژ یک فرایند نفوذی می‌باشد که به ترکیب شیمیایی، دما، شیب غلظتی، ابعاد نمونه و زمان وابسته است [12]. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت، برای هر ترکیب شیمیایی و فرایند تف‌جوشی نیاز به طراحی فرایند عملیات حرارتی مناسبی می‌باشد. از طرفی خواص مکانیکی این آلیاژها وابسته به استحکام فصل مشترک زمینه و ذره تنگستن می‌باشد [13]. ژو و همکاران [14] نشان دادند که استحکام نهایی، چقرمگی و ازدیاد طول رابطه مستقیم با استحکام پیوند زمینه و ذرات تنگستن دارند. استحکام پیوند بالاتر باعث شکست نرم زمینه و برش ذره‌های تنگستن می‌شود [14,15]. استحکام فصل مشترک بین ذرات تنگستن و زمینه وابسته به خلوص پودر تنگستن، ترکیب شیمیایی زمینه و اندازه ذرات تنگستن می‌باشد. لازم به ذکر است فرایند عملیات حرارتی مناسب پس از فرایند تف‌جوشی، از جدایش ناخالصی‌ها در فصل مشترک تنگستن و زمینه جلوگیری می‌کند و این امکان فراهم می‌گردد تا ناخالصی‌ها به طور همگن در سراسر زمینه توزیع شوند [16]. ادموندز و همکاران نشان دادند استحکام فصل مشترک تنگستن ـ زمینه با سرکوب جدایش ناخالصی‌ها مانند هیدروژن، فسفر و گوگرد از طریق عملیات حرارتی در اتمسفر غیر هیدروژنی و سپس کوئنچ کردن در آب افزایش می‌یابد [17]. با توجه به تنوع در ترکیب شیمیایی این آلیاژها نیاز است عملیات حرارتی مناسبی برای ترکیبات مختلف جهت افزایش استحکام پیوند ذره تنگستن ـ زمینه طراحی گردد. از طرفی تنش‌های حرارتی در هنگام سرمایش و گرمایش در حین انجام عملیات حرارتی ایجاد می‌شود که این امر موجب نفوذ فاز زمینه به فصل مشترک ذرات تنگستن شده و میزان مجاورت این ذرات را کاهش می‌دهد [18]. همچنین با افزایش مقدار تنگستن در ترکیب شیمیایی آلیاژ سنگین تنگستن میزان مجاورت ذرات تنگستن نیز افزایش می‌یابد [16]. به همین دلیل نیاز است فرایند عملیات حرارتی به گونه‌ای طراحی شود که میزان مجاورت ذرات به حداقل مقدار ممکن کاهش یابد. در پژوهش حاضر تأثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای بر استحکام پیوند زمینه و ذره تنگستن و میزان مجاورت ذرات تنگستن نمونه آلیاژ سنگین تنگستن با ترکیب شیمیایی ۹۳/۵ درصد تنگستن ۴/۵ درصد نیکل و ۱/۹۵ درصد آهن مورد بررسی قرار گرفته است.

مواد و روش انجام آزمایش

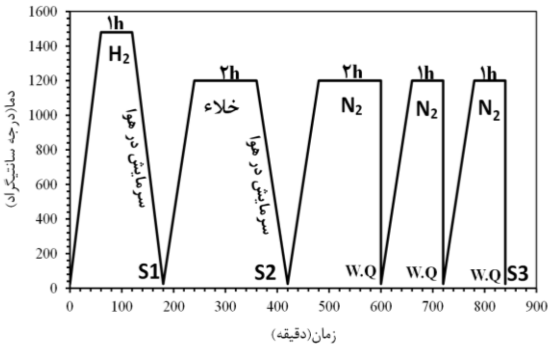
نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن با ترکیب شیمیایی Fe ۱/۹۵– ۹۳/۵W–۴/۵Ni (درصد وزنی) با استفاده از پودرهای عنصری خالص با اندازه بین ۵–۲ میکرومتر تهیه شدند. پودرهای ذکر شده با استفاده آسیاب دورانی به مدت ۳ ساعت مخلوط شدند. پودرهای مخلوط شده با استفاده از پرس ایزواستاتیک سرد EPSI-Q25 در قالبی استوانه‌ای شکل از جنس لاستیک (پلی یورتان) با ابعاد ۱۵ در ۱۱۵ میلی‌متر، تحت فشار ۲۰۰ مگاپاسکال فشرده شدند. پس از آن نمونه‌ها در کوره لوله‌ای افقی Carbolit (STF 15/75/610D) تحت گاز هیدروژن قرار داده شد و به مدت یک ساعت در دمای ۱۴۸۰ درجه سانتی‌گراد تا رسیدن به چگالی ۹۹/۰±۷/۲ درصد چگالی نظری (محاسبه چگالی به روش ارشمیدوس) تف‌جوشی شدند. پس از اتمام فرایند تف‌جوشی نمونه‌ها در هوا سرد شدند (S1). پس از اتمام مرحله تف‌جوشی نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد تحت خلاء نگه‌داری شدند و پس از آن در هوا سرد شدند (S2). همچنین عملیات حرارتی چند مرحله‌ی مطابق با شکل شماتیک (۱) به روی نمونه‌ها اجرا شد. همان طور که مشاهده می‌گردد ابتدا نمونه‌ها در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت تحت گاز نیتروژن نگه‌داری شدند و سپس در آب کوئنچ شدند (W.Q). پس از آن در دو مرحله متوالی نمونه‌ها در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت گاز نیتروژن به مدت یک ساعت نگه‌داری شدند و سپس در آب کوئنچ شدند (S3). نمونه‌های تف‌جوشی و عملیات حرارتی شده (نمونه‌هایS1، S2 و S3) در جهت طولی با استفاده از دستگاه وایرکات (DK7740ZB) برش خورده و سپس پولیش شدند. ریزساختار نمونه‌های پولیش شده با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری (Olympus Cx23) و الکترونی روبشی (SEM) LEO-VP 1450 تهیه شد.

یکی از مهم‌ترین مؤلفه‌های مؤثر بر خواص مکانیکی میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد. میزان مجاورت ذرات تنگستن در ریزساختار به کمک تصاویر میکروسکوپ الکترونی با استفاده از رابطه (۱) محاسبه شد [19].

$$Css = 2Nss/(2Nss + Nsl) \qquad (۱)$$

که در آن N_{SS} تعداد تقاطع‌های خط اتصال با مرزهای تنگستن ـ تنگستن، N_{Sl} تعداد تقاطع‌های خط اتصال با فصل مشترک زمینه ـ تنگستن و Css میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد.

به منظور بررسی استحکام پیوند ذرات تنگستن با زمینه و تأثیر عملیات حرارتی چند مرحله‌ای از آزمون کشش در دمای محیط استفاده شد. نمونه‌ها مطابق استاندارد ASTM- E8 آماده‌سازی شدند و با استفاده از دستگاه Zwick-Roell مدل Z250 به همراه اکستنسومتر (به منظور محاسبه دقیق میزان ازدیاد طول) تحت آزمون کشش قرار گرفتند. پس از انجام آزمون کشش، ریزساختار در نزدیکی محل شکست و جهت کشش نمونه‌ها به کمک میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفت. همچنین سطح شکست حاصل از آزمون کشش پس از پاکسازی به کمک دستگاه اولتراسونیک با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (TESCAN BRNO-Mira3 LMU) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین آزمون سختی راکول سی با استفاده از دستگاه RMT کمپانی MATSUZAWA انجام شد.



شکل ۱ شماتیک فرایند تف‌جوشی و عملیات حرارتی چند مرحله‌ای بر روی نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن

نتایج و بحث

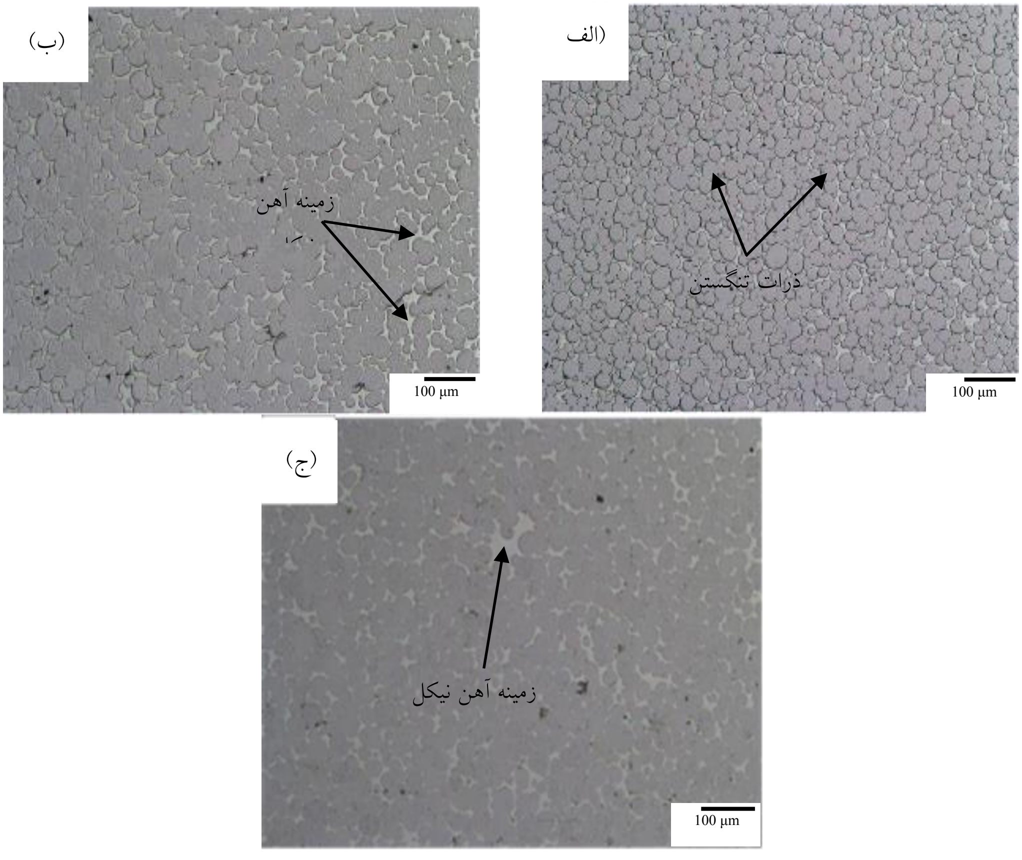
جهت بررسی تأثیر فرایند عملیات حرارتی، نمونه‌های عملیات حرارتی شده (S2 و S3) با نمونه‌های تف‌جوشی شده (S1) مقایسه شدند. آلیاژ سنگین تنگستن پس از انجام فرایند تف‌جوشی فاز مایع، دارای ساختاری متشکل از زمینه (آهن و نیکل) و ذرات تنگستن پخش شده در این زمینه می‌باشد. شکل (۲) تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن را نشان می‌دهد. در این تصاویر می‌توان ذرات تنگستن (شکل ۲– الف) قرار گرفته در زمینه آهن و نیکل (شکل ۲ـ ب و ج) را مشاهده کرد. با توجه اینکه چگالی نمونه‌ها ۹۹/۷±۰/۲ درصد چگالی نظری می‌باشد، به نظر می‌رسد تمامی نمونه‌ها عاری از تخلخل و حفرات باشند.

به منظور بررسی دقیق‌تر ریزساختار تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن تهیه شد.

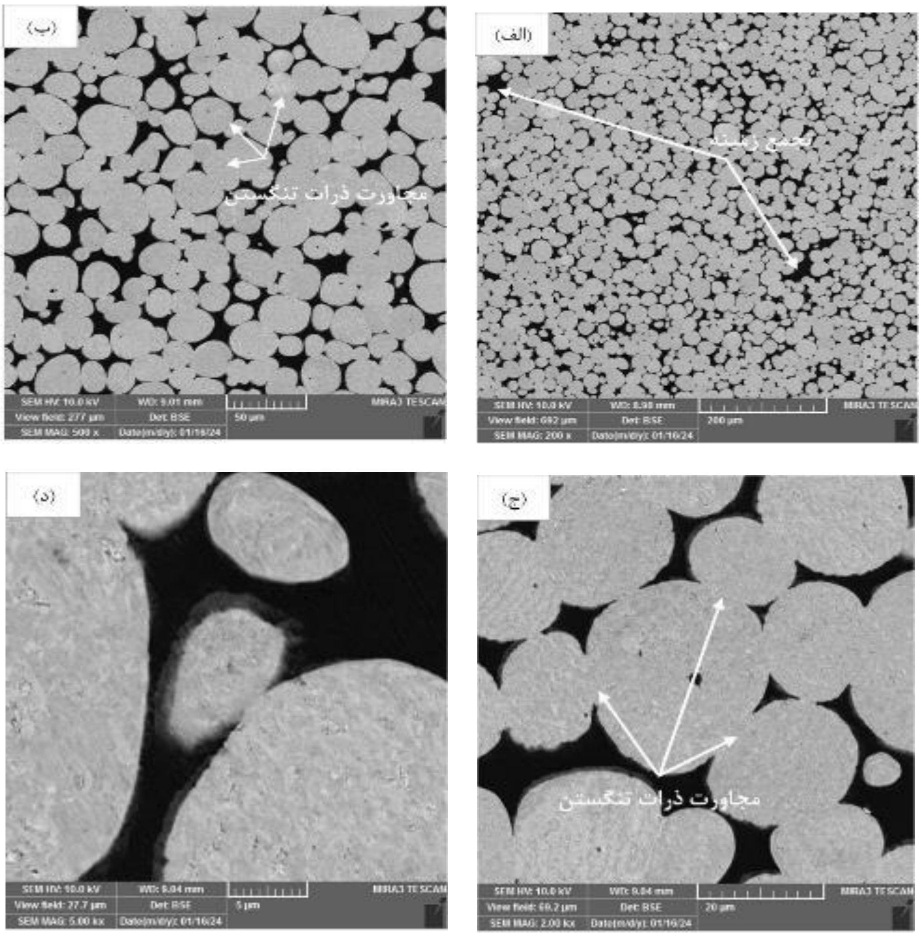
شکل ۳ (۳) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه S1 را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود، ریزساختار شامل ذرات تنگستن (کروی شکل) سفید رنگ و فاز زمینه (سیاه رنگ) می‌باشد. دلیل تفاوت رنگ فاز زمینه و ذرات تنگستن اختلاف جرم اتمی عناصر تشکیل دهنده این فازها (تنگستنamu ۱۸۳،۸۴، آهن amu ۵۵،۸۴، نیکل amu ۵۸،۶۹) می‌باشد. همچنین تجمع فاز زمینه شکل (۳- الف) و مجاورت ذرات تنگستن شکل (۳ـ ب) در ریزساختار مشاهده می‌گردد. شکل (۳ – ج) مجاورت ذرات تنگستن را در بزرگ‌نمایی بالاتر نشان می‌دهد؛ همان طور که مشاهده می‌گردد چند ذره تنگستن به هم چسبیده و فاز زمینه در بین این ذرات جایی ندارد. همچنین در شکل(۳ ـ د) مرز ذرات تنگستن و زمینه قابل مشاهده است. با توجه به تصاویر شکل (۳) می‌توان چنین نتیجه گرفت که ذرات تنگستن مجاورت زیادی با یکدیگر دارند و فاز زمینه در بین آن‌ها به صورت یکنواخت توزیع نشده است.

شکل (۴) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه S2 را نشـــان می‌دهد. تجمع فاز زمینه شـــکل(۴-الف و ب) و مجاورت ذرات تنگستن (شکل ۴ – ج) در قسمت‌هایی از تصویر قابل مشاهده می‌باشد.

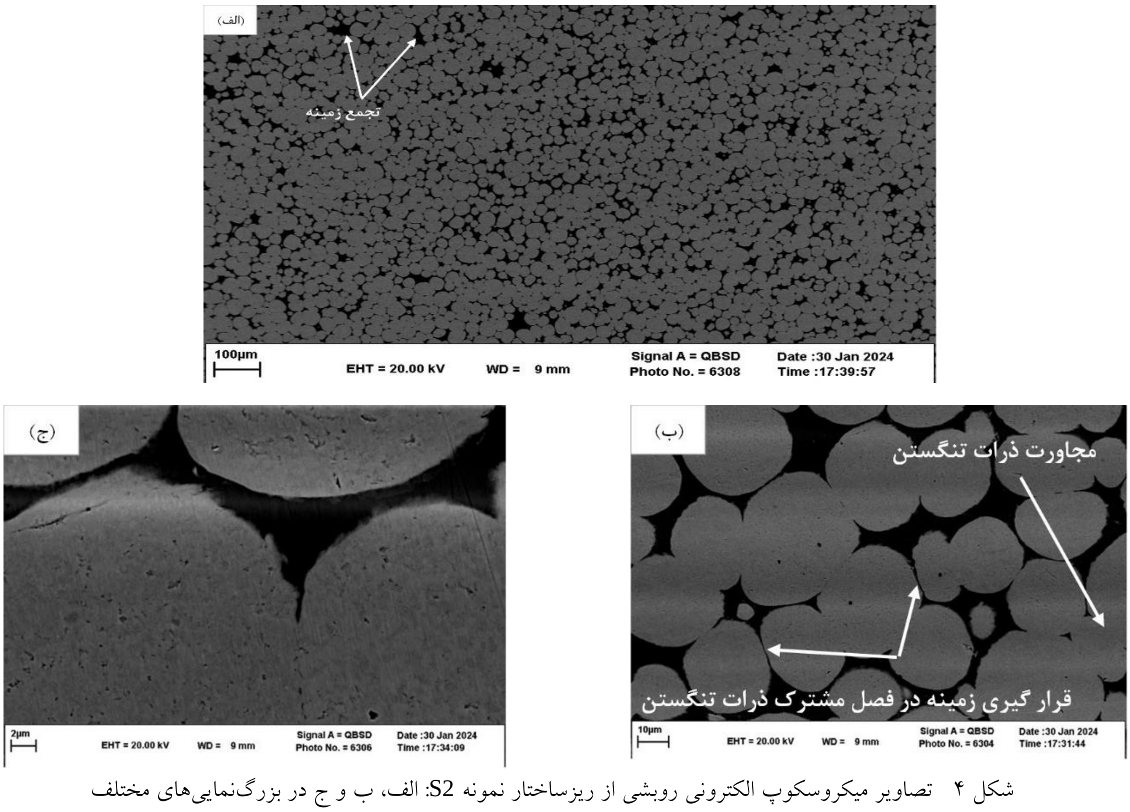
شکل (۵) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه S3 را نشان می‌دهد. مجاور ذرات تنگستن شکل (۵– ب) و قرار گیری زمینه در فصل مشترک ذرات تنگستن شکل (۵ ـ ب) در قسمت‌هایی از تصویر قابل مشاهده می‌باشد. همچنین شکل (۵ ـ ج) فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه را نشان می‌دهد. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت با انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای، لایه نازکی از فاز زمینه در فصل مشترک ذرات تنگستن نفوذ کرده است (شکل ۵ ـ ب) که این امر سبب کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن شده است.



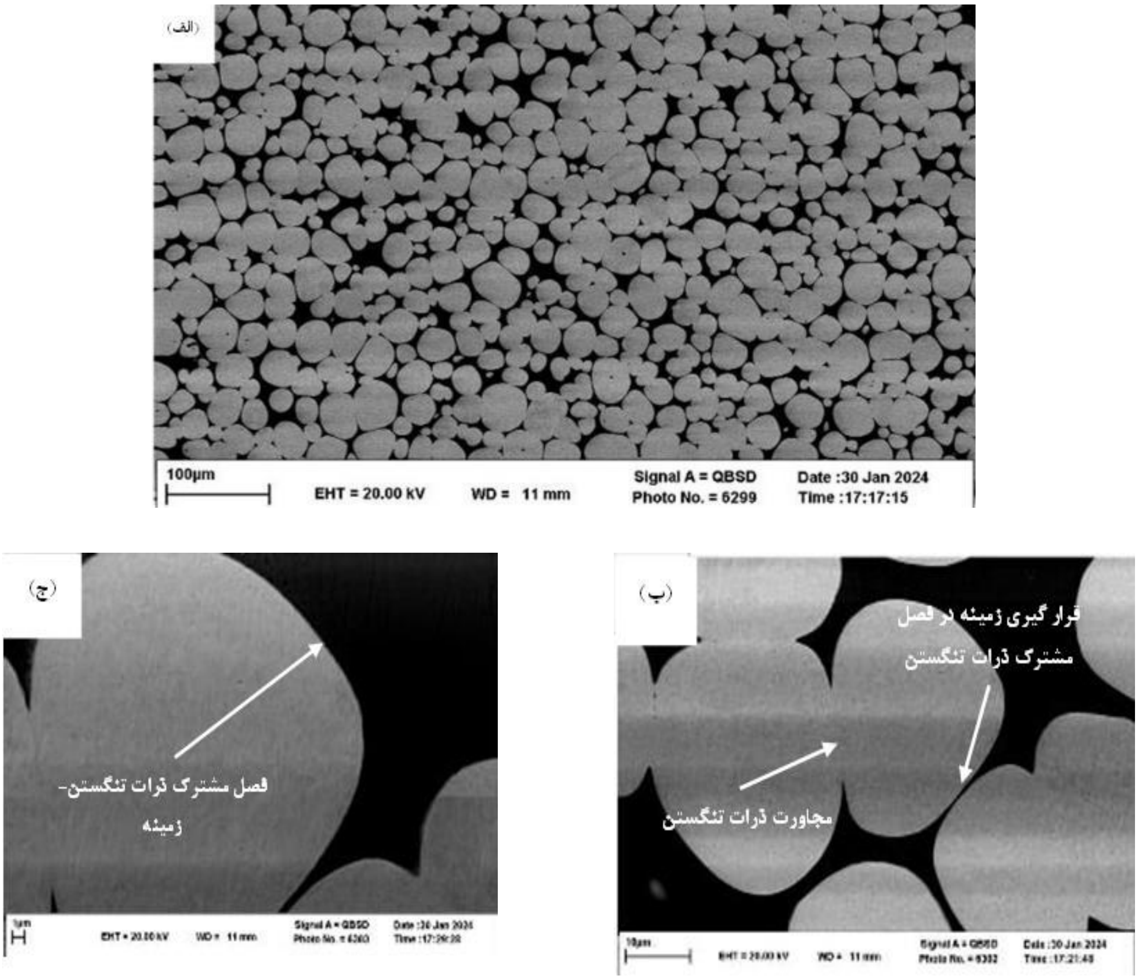
شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه‌های: الف) نمونه S1، ب) نمونه S2 و ج) نمونه S3



شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونهS1: الف، ب، ج و د در بزرگ‌نمایی‌های مختلف



شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه S2: الف، ب و ج در بزرگ‌نمایی‌های مختلف

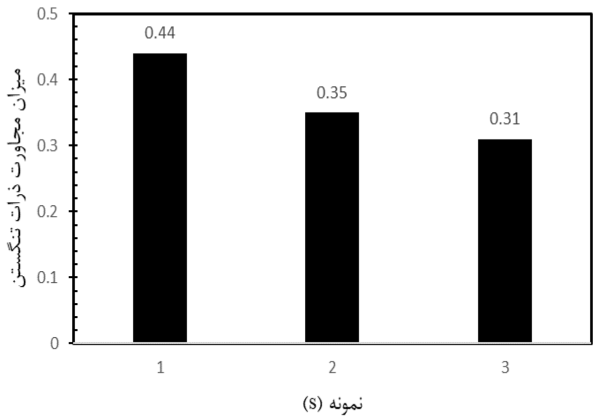


شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه S3: الف، ب و ج در بزرگ‌نمایی‌های مختلف

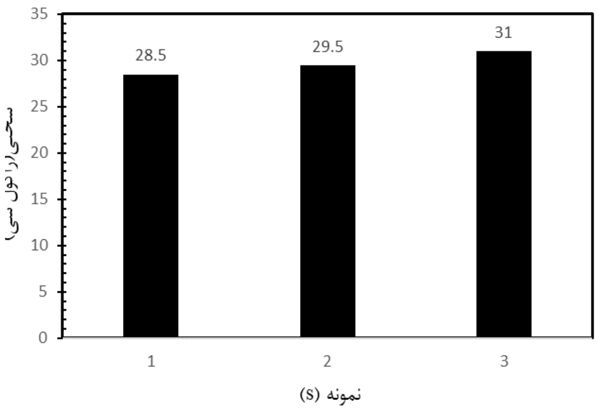
میزان مجاورت ذرات تنگستن از مهم‌ترین مؤلفه‌های اثرگذار بر خواص مکانیکی آلیاژهای سنگین تنگستن می‌باشد.شکل (۶) میزان مجاورت ذرات تنگستن در نمونه‌ها که به کمک رابطه (۱) محاسبه شده است را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌گردد، با انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای میزان مجاورت ذرات تنگستن در نمونه‌ها از مقدار ۰/۴۴ به ۰/۳۱ کاهش یافته است که بیانگر تأثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای بر میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد.

شکل (۷) میزان سختی (راکول سی) نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌گردد انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای تغییر قابل ملاحظه‌ای بر سختی نداشته است و سختی تنها از ۲۸/۵ به ۳۱ راکول سی افزایش یافته است.

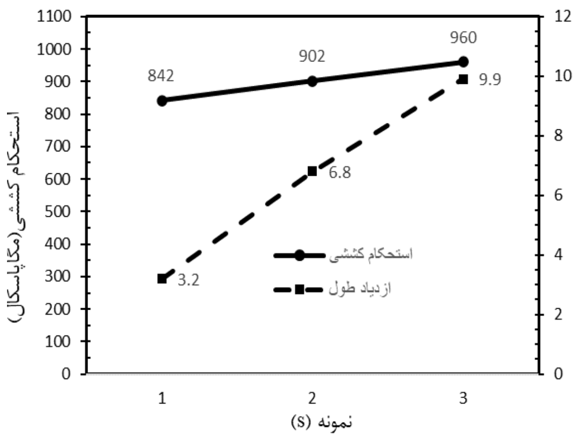
شکل (۸) میزان استحکام کششی (مگاپاسکال) و ازدیاد طول (٪) حاصل از آزمون کشش برای نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن بعد از فرایند تف‌جوشی و عملیات حرارتی چند مرحله‌ای را نشان می‌دهد. با انجام عملیات حرارتی ثانویه استحکام کششی از ۸۴۲ (نمونه S1) به ۹۶۰ (نمونه S3) مگاپاسکال و ازدیاد طول از ۳/۵ درصد (نمونه S1) به ۹/۹ درصد (نمونه S3) افزایش یافته است که علت این امر را می‌توان به افزایش استحکام فصل مشترک ذرات و زمینه، کاهش میزان تردیدی هیدروژنی زمینه و کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن نسبت داد. جرمن و همکارانش [16] نشان دادند که کاهش میزان مجاورت برای آلیاژ سنگین تنگستن منجر به بهبود خواص مکانیکی شده است. راوی و همکارانش [20] نشان دادند برای آلیاژ 90W-6Ni-2Fe-2Co با انجام عملیات حرارتی در خلأ و سپس کوئنچ استحکام کششی از ۶۱۹ به ۹۳۴ مگاپاسکال افزایش یافته است که دلیل این امر را به افزایش استحکام پیوند ذره تنگستن ـ زمینه و کاهش تردی هیدروژنی نسبت داده‌اند.



شکل ۶ میزان مجاورت ذرات تنگستن در نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن (نمونه‌هایS1، S2 و S3)



شکل ۷ سختی نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن (نمونه‌هایS1، S2 و S3)

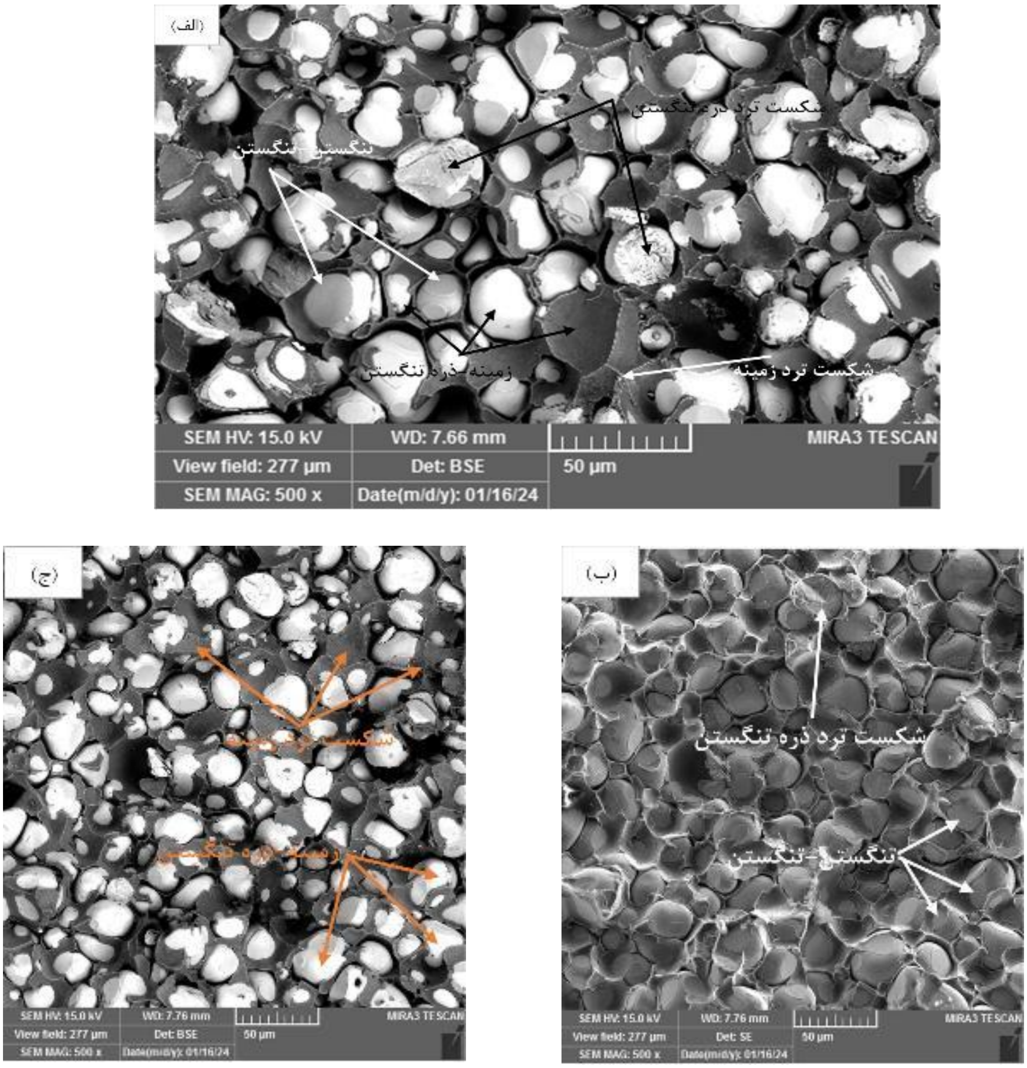


شکل ۸ استحکام کششی و ازدیاد طول نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن نمونه‌هایS1، S2 و S3

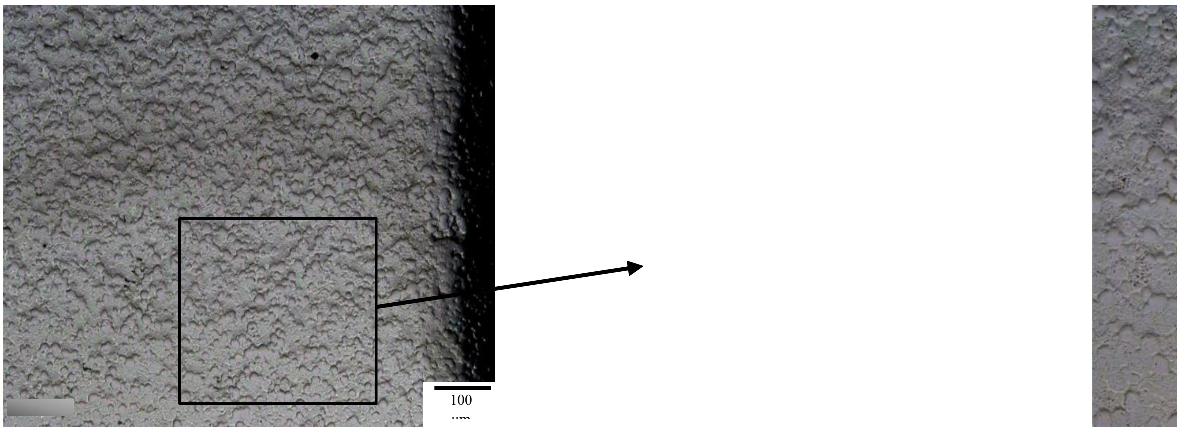
سطح شکست نمونه‌های کشش، جهت بررسی مکانیزم شکست به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفتند. شکل (۹) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S1 را نشان می‌دهد. همان طور که در شکل(۹-الف) مشاهده می‌گردد شکست در چهار حالت: ۱) شکست ترد ذرات تنگستن، ۲) شکست ترد زمینه، ۳) جدایش از فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه و ۴) جدایش ذرات تنگستن از ذرات تنگستن (ذرات تنگستن در مجاورت با هم) رخ داده است. شکل (۹ - ب) تصویر الکترون ثانویه که تعداد اندکی از ذرات تنگستن دچار شکست ترد شده است را نشان می‌دهد. شکل (۹ـ ج) همان تصویر شکل (۹-ب) در حالت الکترون برگشتی می‌باشد. همان طور که در مشاهده می‌گردد شکست زمینه به صورت ترد رخ داده است. همچنین زمینه از فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه کاملا جدا شده و تعداد بسیار کمی ذرات تنگستن شکسته شده است. دلیل این امر کافی نبودن مقدار تنش برای شکست ذرات تنگستن می‌باشد؛ به بیان دیگر حالت‌های دیگر شکست زودتر فعال شده و نمونه دچار شکست شده است. مطالب فوق بیانگر تأثیر عملیات حرارتی چند مرحله‌ای بر استحکام پیوند ذرات تنگستن با زمینه می‌باشد، که در تطابق کامل با نتایج دیگر محققان می‌باشد [16].

شکل (۱۰) تصویر میکروسکوپ نوری در جهت کشش و از نزدیکی محل شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S1 را نشان می‌دهد. قابل مشاهده است که حفرات در نمونه تشکیل نشده و ساختار تفاوتی با قبل از کشیده شدن شکل (۲ـ الف) ندارد.

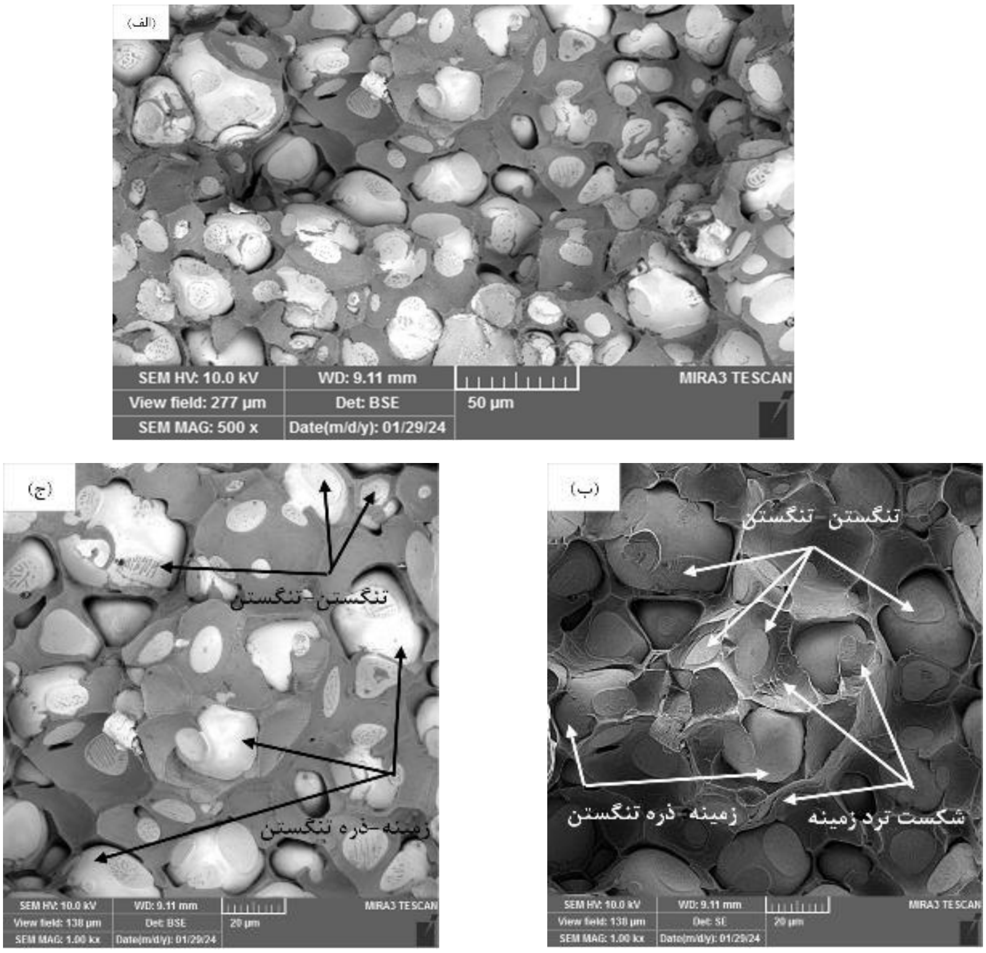
شکل (۱۱) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S2 را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌گردد، مقدار جدایش در فصل مشترک ذره تنگستن - زمینه نسبت به نمونه S1 کاهش یافته است (مقایسه شکل (۹- الف) با شکل (۱۱- الف). در شکل (۱۱ ـ ب) تصویر الکترون ثانویه و شکل (۱۱ ـ ج) همان تصویر را در حالت الکترون برگشتی نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود شکست زمینه همچنان ترد بوده و تشکیل حفره و یا کشیدگی (شکست نرم) مشاهده نمی‌شود، اما شکست از فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه نسبت به نمونه S1 کاهش یافته است (مقایسه شکل (۹) با شکل (۱۱).



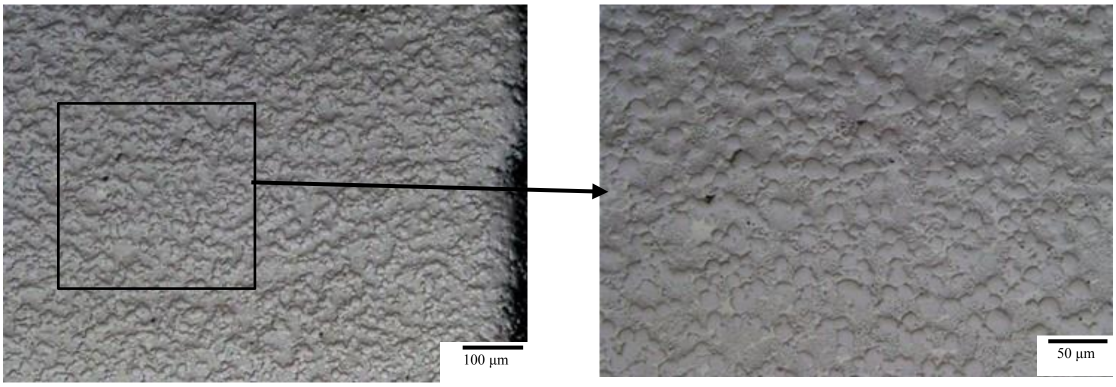
شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست آزمون کشش نمونه S1: الف) در حالت الکترون‌های برگشتی، ب) در حالت الکترون‌های ثانویه و ج) در حال الکترون‌های برگشتی از مناطق مختلف



شکل ۱۰ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S1



شکل ۱۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست آزمون کشش نمونه S2: الف) در حالت الکترون‌های برگشتی، ب) در حالت الکترون‌های ثانویه و ج) در حال الکترون‌های برگشتی از مناطق مختلف



شکل ۱۲ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S2

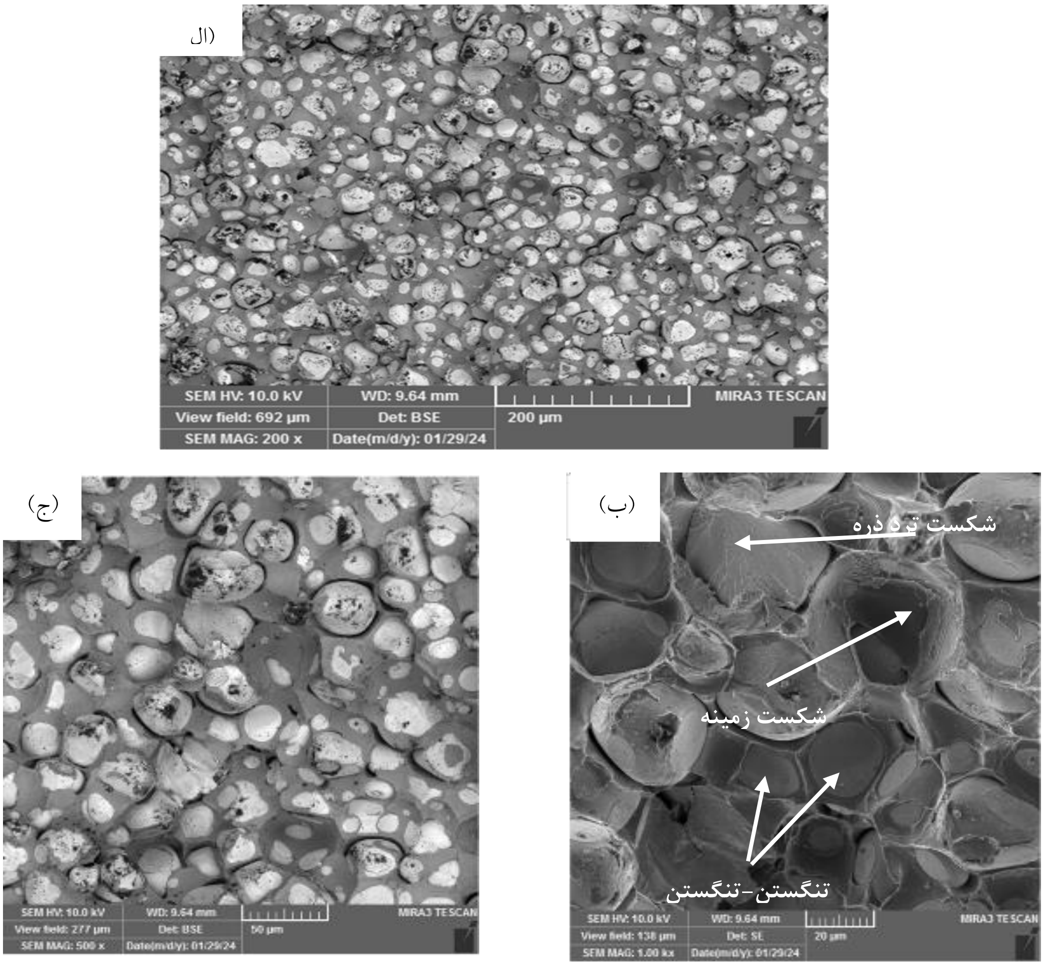
شکل (۱۲) تصویر میکروسکوپ نوری را از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S2 نشان می‌دهد. در این نمونه مشابه نمونه S1 (شکل ۱۰) آزمون کشش منجر به تشکیل حفره در نمونه نشده و ساختار تفاوتی با قبل از کشیده شدن (شکل ۲

شکل ۲ـ ب) ندارد.

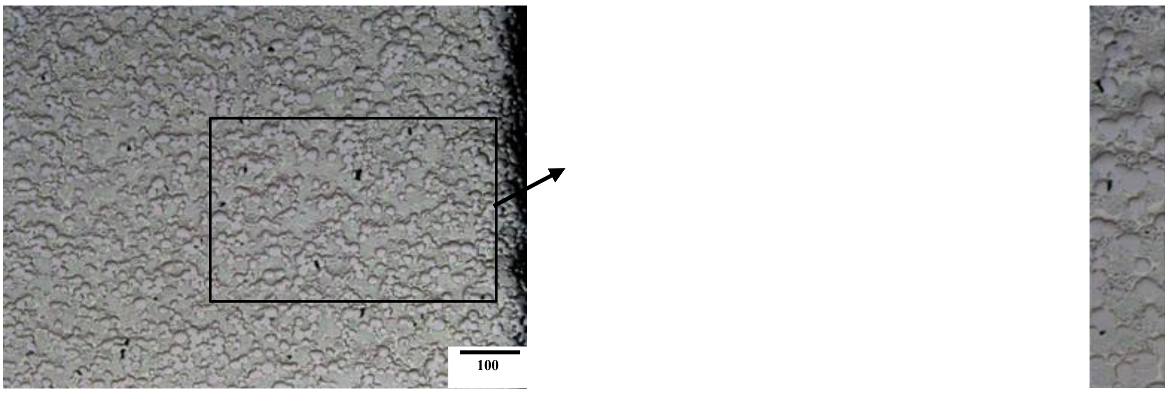
شکل (۱۳) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S3 را نشان می‌دهد؛ همان طور که مشاهده می‌شود حالت شکست عمدتا شکست زمینه و شکست از ناحیه مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد (شکل ۱۳ ـ الف). شکست ترد ذره تنگستن، جدایش تنگستن ـ تنگستن و شکست ترد زمینه قابل مشاهده است شکل (۱۳ـ ب). همان طور

مشاهده می‌گردد زمینه اطراف یک ذره تنگستن را کاملا در بر گرفته و به جای شکست از فصل مشترک، زمینه دچار شکست شده است شکل (۱۳ ـ ب). در شکل (۱۳ ـ ج) می‌توان نحوه شکست را در بزرگ‌نمایی بالاتر نسبت به شکل (۱۳ ـ الف) مشاهده کرد.

شکل (۱۴) تصویر میکروسکوپ نوری را از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S3 نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌گردد تعداد کمی حفره در نزدیکی محل شکست نمونه کشیده شده تشکیل شده است اما ساختار تفاوت چندانی با قبل از کشیده شدن (شکل ۲ــ ج) ندارد و کشیدگی در ذرات تنگستن مشاهده نمی‌شود.

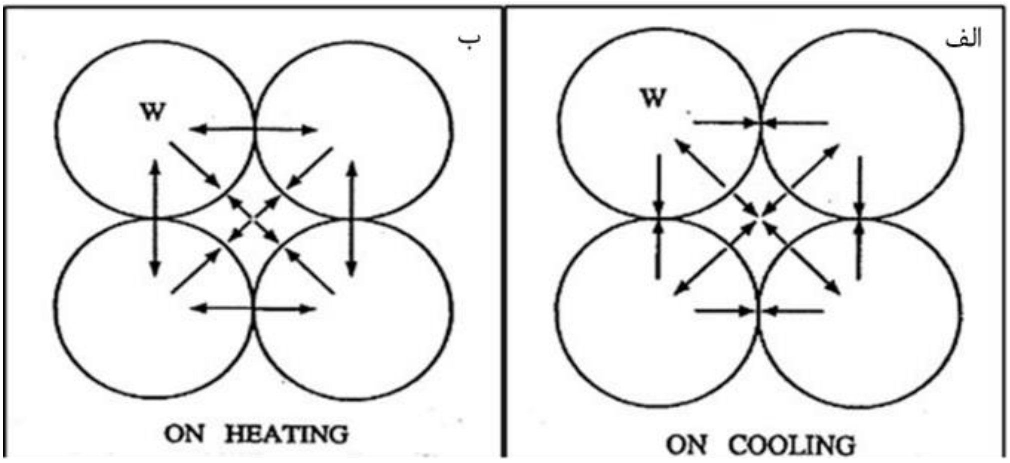


شکل ۱۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست آزمون کشش نمونه S3: الف) در حالت الکترون‌های برگشتی، ب) در حالت الکترون‌های ثانویه و ج) در حال الکترون‌های برگشتی از مناطق مختلف



شکل ۱۴ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S3

با توجه به خواص مکانیکی و ریزساختار نمونه S3 و سطح شکست و مقایسه با نمونه‌های S1 و S2 می‌توان چنین نتیجه گرفت که افزایش استحکام نهایی، به دلیل افزایش استحکام پیوند زمینه ـ ذره تنگستن، کاهش مجاورت ذرات تنگستن و کاهش تردی هیدروژنی می‌باشد. به عبارت دیگر با اعمال نیرو، پیوند زمینه ـ ذره تنگستن تحمل کافی داشته و به دلیل چسبندگی مناسب، نیرو به ذرات تنگستن و زمینه انتقال یافته است و این امر نهایتا سبب شکست ذرات تنگستن و زمینه شده است. همچنین ذرات تنگستن بعد از شکست همچنان در فاز زمینه محصور شده و از زمینه جدا نشده است. لازم به ذکر است پس از فرایند تف‌جوشی اتصال در فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه استحکام پایینی دارد (نمونه‌های S1) که دلیل این امر جدایش عناصر C، O، N و S در این مناطق می‌باشد [21]. در پژوهش حاضر این مشکل توسط انجام عملیات حراتی چند مرحله‌ای در دمای بالا (°C ۱۲۰۰) و به دنبال آن کوئنچ در آب که علاوه بر همگن شدن ترکیب زمینه سبب جلوگیری مجدد جدایش عناصر C، O، N می‌شود، حل شده است [22]. بررسی نتایج شکست‌نگاری پژوهش حاضر نشان می‌دهد با انجام عملیات حرارتی انحلالی چند مرحله‌ای و سپس کوئنچ، شکست در قسمت اتصال ذره تنگستن ـ زمینه کاهش یافته که این موضوع مبین افزایش استحکام ذرات تنگستن با زمینه می‌باشد. علاوه بر این به دلیل عدم تطابق در ضریب انبساط حرارتی بین تنگستن (4.6 x 10 -6//°C) و فاز زمینه (2.0 x 10 -6//°C) ، تنش‌های مکانیکی در مجاورت فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه ایجاد می‌شود که موجب کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن شده است. درک این موضوع با تکیه بر شکل(۱۵) که شماتیک نقش تنش مکانیکی و حرارتی را در فرایند گرمایش و سرمایش نمونه‌ها نشان می‌دهد، تسهیل می‌گردد. بدین ترتیب با سرمایش نمونه‌ها، تنش‌های کششی و فشاری باید به ترتیب در فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه و تنگستن ـ تنگستن ایجاد شوند شکل (۱۵– الف). در فرایند گرمایش، جهت تنش‌های ایجاد شده در فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه و مرز ذرات تنگستن ـ تنگستن، در جهت مخالف فرایند سرمایش می‌باشند شکل (۱۵– ب). بنابراین گرمایش و سرمایش چند مرحله‌ای باعث تجمع انرژی کرنش در مرزهای ذره تنگستن شده و این امر سبب نفوذ فاز زمینه به مرزهای ذرات تنگستن به منظور کاهش انرژی کرنش ذخیره شده، می‌شود [18]. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت با انجام فرایند عملیات حرارتی چند مرحله‌ای می‌توان میزان نفوذ زمینه را بین ذرات تنگستن افزایش داد. نتایج به دست آمده تطابق خوبی با مکانیزم نفوذ زمینه دارد. نتایج ریزساختار مبین این مطلب می‌باشد (شکل ۶).



شکل ۱۵ نمودارهای شماتیک که حالت‌های تنش در ذرات تنگستن و فاز زمینه آلیاژ سنگین تنگستن را نشان می‌دهد: الف) درهنگام سرمایش نمونه‌ها و ب) در هنگام گرمایش نمونه‌ها [18]

همچنین خروج هیدروژن از داخل آلیاژ یک فرایند نفوذی می‌باشد که به دما، شیب غلظتی، ابعاد نمونه و زمان وابسته است [12]. دمای عملیات حرارتی باید به گونه‌ای باشد که باعث تسریع خروج هیدروژن از آلیاژ شود؛ از طرفی سبب درشت شدن ذرات تنگستن، تبلور مجدد ذرات تنگستن و تشکیل فاز مذاب نشود. لازم به ذکر است که برای رسیدن به حداکثر میزان شیب غلظتی هیدروژن عملیات حرارتی باید در خلأ انجام شود؛ که در این پژوهش با انجام عملیات حرارتی تحت خلأ و فراهم کردن شیب غلظتی مناسب تردی هیدروژنی کاهش یافته و استحکام نهایی افزایش یافته است. اما همچنان به نظر می‌رسد، تردی هیدروژنی به طول کامل رفع نشده زیرا شکست زمینه هچنان به صورت عمدتا ترد می‌باشد. با توجه به نتایج به دست آمده می‌توان چنین نتیجه گرفت که عملیات حرارتی یکی از اجزای ضروری در فرایند تولید آلیاژهای تنگستن می‌باشد. فرایند عملیات با چهار هدف انجام می‌شود: ۱) حذف هیدروژن باقی مانده در ساختار بعد از فرایند تف‌جوشی، ۲) از بین بردن جدایش در فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه ، ۳) جلوگیری از تشکیل فازهای بین فلزی و ۴) کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن [20].

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر تأثیر عملیات حرارتی چند مرحله‌ای بعد از فرایند تف‌جوشی بر روی نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن مورد بررسی قرار گرفتند. با توجه به آزمون‌های انجام شده، خلاصه نتایج به شرح ذیل می‌باشد:

۱. انجام عملیات حرارتی چند مرحله‌ای سبب کاهش میزان مجاورت در نمونه‌ها از مقدار ۰/۴۴ به ۰/۳۱ شده است.

۲. انجام عملیات حرارتی چند مرحله‌ای تأثیر قابل ملاحظه‌ای بر سختی نداشته است و سختی تنها از ۲۸/۵ به ۳۱ راکول سی افزایش یافته است.

۳. انجام عملیات چند مرحله‌ای باعث افزایش استحکام کششی از ۸۴۲ مگاپاسکال به ۹۶۰ مگاپاسکال شده است.

۴. ازدیاد طول نمونه های آلیاژ سنگین تنگستن با انجام فرایند های عملیات حرارتی چند مرحله‌ای از ۳/۲ به ۹/۹ درصد افزایش یافته است.

۵. با انجام عملیات چند مرحله‌ای حالت شکست از فصل مشترک ذره تنگستن ـ زمینه به شکست زمینه تغییر یافته است.

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] B. C. Muddle, D. V. Edmonds, "Interfacial segregation and embrittlement in liquid phase sintered tungsten alloys" *Metal Science*, vol. 17, no. 5, pp. 209–218, (1983). https://doi.org/10.1179/030634583790420899.

[2] R. M. German, "Sintered tungsten heavy alloys: Review of microstructure, strength, densification, and distortion" *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 108, no. 105940, pp. 1-20, (2022). https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.105940.

[3] K. S. Churn, R. M. German, "Fracture Behavior of W-Ni-Fe Heavy Alloys" *Metallurgical transactions A*, vol. 15, no. 2, pp. 331–338, (1984). https://doi.org/10.1007/BF02645119.

[4] M. H. Hong, J. W. Noh, E. P. Kim, H.-S. Song, S. Lee, and W. H. Baek, "A study on the improvement of the sintered density of W-Ni-Mn heavy alloy" *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 28, no. 5, pp. 835–839, (1997). https://doi.org/10.1007/s11663-997-0011-9.

[5] R. M. German, *Powder Metallurgy Science*. 2nd ed. Princeton, N.J: Metal Powder Industries Federation, (1994). [E-book] Available: https://lccn.loc.gov/84060862.

[6] R. M German, "Microstructure effects on tensile properties of tungsten-Nickel-Iron composites" *Metallurgical*

Transactions A, vol. 19, no. 6, pp. 1523–1532, (1988). https://doi.org/10.1007/BF02664666.

[7] C. Lea, B. C. Muddle, D. V. Edmonds, "Segregation to interphase boundaries in liquid-phase sintered tungsten alloys" *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, no. 3, pp. 667–677, (1983). https://doi.org/10.1007/BF02643782.

[8] A. Bose, R. M. German, "Sintering atmosphere effects on tensile properties of heavy alloys" *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, pp. 2467-2476, (1988). https://doi.org/10.1007/BF02645474

[9] L. Ekbom, "Influence of microstructure of liquid-sintered tungsten-base composites on the mechanical properties" *Scandinavian Journal of Metallurgy*, vol. 5, no. 14, pp. 179–184, (1976). Available: http://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=PASCAL7780098906.

[10] R. M. German, *New Tungsten Heavy Alloy Handbook*. Metal Powder Industries Federation, (2021). [E-book] Available: https://www.mpif.org.

[11] I. Singh, V. Dabhade. "Tungsten heavy alloys for kinetic energy penetrators: a review" *Materials Science and Technology,* vol. 40, no. 7-8, pp. 769–785, (2024). https://doi.org/10.1177/02670836241260514.

[12] H. K. Yoon, S. H. Lee, S. J. L. Kang, and D. N. Yoon, "Effect of vacuum-treatment on mechanical properties of W-Ni-Fe heavy alloy" *Journal of Materials Science*, vol. 18, no. 5, pp. 1374–1380, (1983). https://doi.org/10.1007/BF01111957.

[13] H. S. Song, J. W. Noh, W. H. Baek, S. J. L. Kang, B. S. Chun, "Undulation of W/matrix interface by resintering of cyclically heat-treated W-Ni-Fe heavy alloys" *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 28, no. 2, pp. 485–489, (1997). https://doi.org/10.1007/s11661-997-0149-8.

[14] M. E. Alam, G. R. Odette, "The comparative strength and fracture toughness properties of commercial 95W-3.5Ni1.5Fe and 95W-3.5Ni1.5Cu tungsten heavy alloys" *Nuclear Materials and Energy,* vol. 36, no. 1, pp. 123-135, (2023). https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101467.

[15] J. Das, U. R. Kiran, A. Chakraborty, N. E. Prasad, "Hardness and tensile properties of tungsten based heavy alloys prepared by liquid phase sintering technique" *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 27, no. 3, pp. 577–583, (2009). https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2008.08.003.

[16] R. M. German, L. L. Bourguignon, B. H. Rabin, "Analysis of high tungsten content heavy alloys" *Powder Metallurgy in Defense Technology*, vol. 6, pp. 117–131, (1984). https://doi.org/10.1007/BF03257677.

[17] D. V. Edmonds and P. N. Jones, "Interfacial embrittlement in liquid-phase sintered tungsten heavy alloys" *Metallurgical Transactions A*, vol. 10, no. 3, pp. 289–295, (1979). https://doi.org/10.1007/BF02658336.

[18] W. H. Baek, M. H. Hong, et al. and S. H. Lee, "Heat treatment behavior of tungsten heavy alloy" *Solid State Phenomena*, vol. 118, pp. 35–40, (2006). https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.118.35.

[19] J. Gurland, "The measurement of grain contiguity in two-phase alloys" *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 212, pp. 452–455, (1958). Available: https://cir.nii.ac.jp/crid/1570291225577535488.

[20] U. Ravi Kiran, S. Kumar Khaple, M. Sankaranarayana, G. V. S. S. Nageswara Rao, T. K. Nandy, "Effect of swaging and aging heat treatment on microstructure and mechanical properties of tungsten heavy alloy" *Materials Today: Proceedings*, vol. 5, no. 2, pp. 3914–3918, (2018). https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.647.

[21] J. B. Posthill, M. C. Hogwoodand, D. V Edmonds, "Precipitation at Tungsten/Tungsten Interfaces in Tungsten–Nickel–Iron Heavy Alloys" *Powder Metallurgy*, vol. 29, no. 1, pp. 45–51, (1986). https://doi.org/10.1179/pom.1986.29.1.45.

[22] U. Ravi Kiran, J. Kumar, V. Kumar, M. Sankaranarayana, G. V. S. Nageswara Rao, T. K. Nandy, "Effect of cyclic heat treatment and swaging on mechanical properties of the tungsten heavy alloys" *Materials Science and Engineering: A*, vol. 656, pp. 256–265, (2016). https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.024